



# PATENTSCHRIFT 151 460

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Int. Cl.<sup>3</sup>

(11) 151 460 (44) 21.10.81 3(51) C 08 J 9/14  
(21) WP C 08 J / 221 817 (22) 13.06.80

- 
- (71) VEB Chemiekombinat Bitterfeld, DD
- (72) Wetzel, Klaus, Dipl.-Ing.; Lange, Eckehard, Dipl.-Chem.; Anz, Johannes, Dipl.-Ing.; Iwanow, Regine, Dipl.-Chem.; Kiese, Marlies, Dipl.-Ing., DD
- (73) siehe (72)
- (74) VEB Chemiekombinat Bitterfeld, Patentabteilung,  
4400 Bitterfeld, Zörbiger Straße
- 

(54) Treibmittelkonzentrat für thermoplastische Kunststoffe

---

(57) Die Erfindung bezieht sich auf ein Treibmittelkonzentrat für thermoplastische Kunststoffe, das zur Herstellung geschäumter Artikel eingesetzt wird. Ziel ist es, die Qualität der Schaumstoffartikel zu verbessern, den technisch-ökonomischen Herstellungsaufwand zu verringern und Einsparungen an polymeren Zusatzstoffen zu erreichen. Die Aufgabe besteht darin, ein Treibmittelkonzentrat zu schaffen, das eine kontinuierliche Herstellung ohne vorzeitiges Aufschäumen im Extrusionsverfahren ermöglicht und bei dem das Treibmittel gleichmäßig in der Trägersubstanz verteilt ist. Als Lösung wird vorgeschlagen, daß die Trägersubstanz des Treibmittelkonzentrats aus einem durch Chlorierung von Äthylenpolymerisaten hergestellten chlorierten Polyäthylen mit einem Chlorwert von 1 bis 20 Gew.T. besteht. Die Viskosität der Äthylenpolymerisate, gemessen im Ubbelohde-Viskosimeter bei 140 °C, liegt im Bereich von 1 bis 1000 mm<sup>2</sup>/s. Die Chlorierung der Äthylenpolymerisate erfolgt in Lösung. Der Treibmittelanteil beträgt 5 bis 50 Gew.T. Dieses Treibmittelkonzentrat kann im Extrusionsverfahren hergestellt werden. Das Treibmittel läßt sich sehr gut einmischen und ist gleichmäßig verteilt, wodurch eine feine, gleichmäßige Zellstruktur erreicht wird.

VEB CHEMIKOMBINAT BITTERFELD

Bitterfeld, 14. 5. 1980  
2073

## Treibmittelkonzentrat für thermoplastische Kunststoffe

### Anwendungsgebiet

Die Erfindung bezieht sich auf ein Treibmittelkonzentrat für thermoplastische Kunststoffe, das zur Herstellung geschäumter Artikel eingesetzt wird. Die Herstellung der geschäumten Kunststoffartikel kann nach dem Spritzgieß-, Extrusions- sowie nach dem Kalandrierverfahren erfolgen.

### Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Zur Herstellung geschäumter Kunststoffartikel ist eine Vielzahl von Treibmittelsystemen bekannt, die in physikalische und chemische Treibmittel untergliedert werden. Die chemischen Treibmittel zersetzen sich in einem bestimmten Temperaturbereich und spalten dabei gasförmige Bestandteile ab. Das Treibmittel wird entweder mit dem pulverförmigen Thermoplast vermischt oder auf Granulat mit Hilfe eines Haftvermittlers aufgetrommelt. Um eine gleichmäßige Schaumstruktur zu erreichen, ist es erforderlich, daß das Treibmittel in

dem zu verschäumenden Kunststoff homogen dispergiert ist. In der Praxis bestehen jedoch erhebliche Schwierigkeiten bei der Einmischung der Treibmittel, so daß die bereitzustellenden Artikel häufig eine ungleichmäßige Zellstruktur aufweisen. Dadurch verschlechtern sich die Eigenschaftswerte, und es treten unterschiedliche Rohdichten auf. Es gibt nur wenige Treibmittel, die sich befriedigend mit dem Polymerisat vermischen lassen. Um diese Nachteile zu vermeiden und eine wesentlich verbesserte Einarbeitbarkeit der Treibmittel zu erreichen, wurden sogenannte Treibmittelkonzentrate entwickelt.

In der DE-OS 1 504 216 und der DE-OS 1 544 831 sind Treibmittelkonzentrate und die Verfahren zu ihrer Herstellung beschrieben. Die Trägersubstanz für dieses Treibmittelkonzentrat besteht aus einem bei Normaltemperatur festen, amorphen Polypropylen (DE-OS 1 504 216) oder einem Mischpolymerisat von Propylen und einem weiteren 1-Olefin (DE-OS 1 544 831). Ferner ist ein Treibmittelkonzentrat bekannt, bei dem Hochdruckpolyäthylen als Trägersubstanz verwendet wird. Der Nachteil dieser Treibmittelkonzentrate besteht in ihrer mangelnden Verträglichkeit mit chlorierten Vinylpolymerisaten; deshalb haben sie lediglich bei Polyolefinen eine praktische Anwendung gefunden.

Ein weiterer Nachteil dieser Treibmittelkonzentrate ist ihre zeitaufwendige, diskontinuierliche Herstellung. Das Treibmittel wird in einem unter Wärmeeinwirkung geschölnenen amorphen Polypropylen bzw. Propylenmischpolymerisat in einem Rührbehälter dispergiert. Nach Beendigung des Rührvorganges wird die Schmelze abgezogen, gekühlt und zerkleinert. Das so hergestellte Treibmittelkonzentrat wird in das zu verschäumende Polymerisat eingemischt.

Amorphes Polypropylen ist bei Normaltemperatur sehr weich, besitzt eine starke Oberflächenklebrigkeit und läßt sich nicht homogen vermischen. Dadurch ist es erforderlich, zusätzlich

einen polymeren Stoff als Härtemittel zuzumischen. Andere polymere Werkstoffe als Polyäthylen, Polypropylen bzw. dessen Mischpolymerisate sind für den Einsatz als Trägersubstanz für Treibmittelkonzentrate nicht bekannt.

Die Treibmittelkonzentrate lassen sich demzufolge nur nach diesen unwirtschaftlichen, arbeitsintensiven Verfahren herstellen.

#### Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist, die Qualität der herzustellenden Schaumstoffartikel sowohl auf Basis von Polyolefinen als auch auf Basis von chlorierten Vinylpolymerisaten zu verbessern, insbesondere eine einheitliche Dichte und bessere Eigenschaftswerte zu erreichen, den technisch-ökonomischen Herstellungsaufwand für die Treibmittelkonzentrate zu verringern und Einsparungen an polymeren Werkstoffen, die als Härtemittel dienen, zu ermöglichen.

#### Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Treibmittelkonzentrat zu schaffen, das eine kontinuierliche Herstellung ohne vorzeitiges Aufschäumen im Extrusionsverfahren ermöglicht und bei dem das Treibmittel homogen in der Trägersubstanz verteilt ist. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Trägersubstanz aus einem durch Chlorierung von Äthylenpolymerisaten hergestellten Polyäthylen mit einem Chlorwert von 1 bis 20 Gew.-% besteht.

Überraschenderweise wurde gefunden, daß durch den Einsatz dieses chlorierten Polyäthylens als Trägersubstanz eine einfache, ökonomisch sehr günstige Herstellung des Treibmittel-

konzentrats im Extrusionsverfahren möglich ist. Das chlorierte Polyäthylen weist gegenüber den bisher bekannten Trägersubstanzen eine Vielzahl von Vorteilen auf.

Es eignet sich sehr gut als Trägersubstanz, da es ein gleichmäßiges Einmischen des Treibmittels ermöglicht und somit ein homogenes Treibmittelkonzentrat herstellbar ist. Das außerordentlich günstige Fließverhalten des chlorierten Polyäthylens erlaubt die Herstellung von Treibmittelkonzentraten mit Treibmitteln, die einen niedrigen Zersetzungsbereich aufweisen, ohne daß es zu einem vorzeitigen, unerwünschten Aufschäumen kommt. Das erfindungsgemäße Treibmittelkonzentrat läßt sich wie folgt herstellen:

Das in pulvriger Form vorliegende chlorierte Polyäthylen wird mit einem Treibmittel in einem Schnellmischer bei Temperaturen bis zu 50 °C homogen vermischt. Die Mischung wird in einen Extruder gegeben und bei Temperaturen, die unterhalb des Zersetzungsbereiches des Treibmittels liegen, plastiziert. Als Aufbereitungsextruder können sowohl Ein- als auch Doppelschneckenextruder eingesetzt werden. Die aus dem Extruder austretenden Stränge werden gekühlt und anschließend granuliert. Die Viskosität der Äthylenpolymerisate, gemessen in einem Ubbelohde-Viskosimeter bei 140 °C, liegt im Bereich von 1 bis 1000 mm<sup>2</sup>/s. Die Chlorierung der Äthylenpolymerisate erfolgt in Lösung.

Aufgrund der möglichen Variationen hinsichtlich des Chlorwertes und der Viskosität der Äthylenpolymerisate wird eine große Variabilität der Trägersubstanz erreicht. Die eingesetzten Äthylenpolymerisate können nach dem Niederdruck- oder Hochdruckpolymerisationsverfahren hergestellt werden.

Die Wahl des Treibmittels ist abhängig vom Schmelzpunkt bzw. Schmelzbereich des zu verschäumenden Polymeren. Der der Trägersubstanz zugemischte Anteil Treibmittel beträgt 5 bis 50 Gew.-Teile. Als Treibmittel kommen bei Normaltemperatur feste chemische Treibmittel zum Einsatz. Besonders geeignet sind Azodicarbonamid, N,N'-Dinitrosopentamethylentetramin, Diazoaminobenzol und p,p'-Oxybisbenzolsulfonylsemicarbazid. Diese Treibmittel können einzeln oder als Gemisch von zwei und mehr Treibmitteln eingesetzt werden.

Das Treibmittelkonzentrat kann auch geringe Mengen an Stabilisatoren, Aktivatoren, Inhibitoren, Farbmitteln und anderen Hilfsstoffen enthalten. Das Treibmittelkonzentrat fällt in fester, rieselfähiger, granulierter Form an und wird zusammen mit dem zu verschäumenden Polymeren vermischt. Dies kann z. B. in Schnellmischern, auf Mischwalzwerken oder in Innenmischern durchgeführt werden. Die Herstellung der geschäumten Kunststoffartikel kann nach den an sich bekannten Verfahren wie z. B. Extrusion oder Spritzgießen erfolgen.

Das erfindungsgemäße Treibmittelkonzentrat ist für die Verschäumung einer Vielzahl thermoplastischer Werkstoffe, wie chlorierte Vinylpolymerisate, Polystyrol, Homo- und Copolymerisate von Olefinen, geeignet. Die mit dem neuen Treibmittelkonzentrat hergestellten Artikel weisen eine ausgezeichnete Oberflächenqualität auf und haben eine feine, gleichmäßige Zellstruktur, wobei der Zelldurchmesser 0,02 bis 0,03 mm beträgt.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einigen Beispielen näher erläutert werden.

Beispiel 1

Aus folgenden Bestandteilen wird ein Treibmittelkonzentrat hergestellt:

- |   |      |               |
|---|------|---------------|
| - Azodicarbonamid   | 30   | Gewichtsteile |
| - chloriertes Polyäthylen<br>(mit Cl-Wert von 5 Gew.-%<br>und einer Viskosität von<br>850 mm <sup>2</sup> /s) | 68,4 | Gewichtsteile |
| - 2,2-Bis-(p-hydroxyphenyl)-<br>propan als Wärmestabilisator  | 1,6  | Gewichtsteile |

Diese Bestandteile werden in einem schnellaufenden Mischer vorgelegt und innerhalb von 7 Minuten bis zu einer Temperatur von 50 °C homogen vermischt.

Das trockene, rieselfähige Gemisch wird über einen Einfülltrichter in einen Einschneckenextruder mit folgender Charakteristik gegeben:

Schneckendurchmesser D:	45 mm
wirksame Schneckenlänge:	25xD

Die Schneckendrehzahl beträgt 40 UpM, die Extrusionstemperaturen werden wie folgt eingestellt:

Zylindertemperaturen (°C):	80-90-110-105
Temperatur an der Lochplatte (°C):	111

Das Gemisch wird im Extruder plastiziert und homogenisiert und durch eine Lochplatte zu Strängen mit einem Durchmesser von 3 mm extrudiert, die durch Heißabschlag zu einem zylind-

derförmigen Granulat verformt werden, das anschließend intensiv abgekühlt wird. Dieses Treibmittelkonzentrat liegt in vollständig ungeschäumtem Zustand vor.

Eine Menge von 1,6 Gewichtsteilen Treibmittelkonzentrat wird mit 100 Gewichtsteilen eines kristallinen Polypropylens im Kaltmischer vermischt und im Spritzguß- und Extrusionsverfahren verarbeitet. Die gefertigten geschäumten Formkörper besitzen bei einwandfreier Oberflächenausbildung einen feinen, gleichmäßigen Schaum. Die Zellen weisen einen mittleren Durchmesser von 0,026 mm auf.

#### Beispiel 2

Unter den im Beispiel 1 genannten Bedingungen wird ein Treibmittelkonzentrat der folgenden Zusammensetzung hergestellt:

- |   |                    |
|---|--------------------|
| - Azodicarbonamid   | 20 Gewichtsteile   |
| - chloriertes Polyäthylen mit einem Chlorwert von 18 Gew.-% und einer Viskosität von 600 mm <sup>2</sup> /s | 78,1 Gewichtsteile |
| - 2,2-Bis-(p-hydroxyphenyl)-propan  | 1,9 Gewichtsteile  |

Dieses Treibmittelkonzentrat liegt in vollständig ungeschäumtem Zustand vor.

2,0 Gewichtsteile des Treibmittelkonzentrats werden im Kaltmischer mit 100 Gewichtsteilen eines bleistabilisierten PVC-hart-Dryblends vermischt und im Spritzguß-, Extrusions- und Kalandrierverfahren verarbeitet. Die gefertigten geschäumten Formkörper weisen glatte Oberflächen auf und einen feinen, gleichmäßigen Schaum. Ihr mittlerer Zelldurchmesser beträgt 0,03 mm.



Beispiel 3

Es wird analog Beispiel 1 ein Treibmittelkonzentrat aus

- |   |                  |
|---|------------------|
| - Azodicarbonamid                               | 25 Gewichtsteile |
| - chloriertem Polyäthylen                       | 64 Gewichtsteile |
| mit einem Chlorwert von 15 Gew.-%               |                  |
| und einer Viskosität von 350 mm <sup>2</sup> /s |                  |
| - Zinkoxid                                      | 10 Gewichtsteile |
| - 2,2-Bis-(p-hydroxyphenyl)-propan              | 1 Gewichtsteil   |

hergestellt. Dieses Treibmittelkonzentrat liegt in vollständig ungeschäumtem Zustand vor.

1,8 Gewichtsteile des Treibmittelkonzentrats werden im Kaltmischer mit einem aus 60 Gewichtsteilen PVC und 40 Gewichtsteilen Weichmacher bestehenden PVC-weich-Granulat vermischt und im Spritzguß-, Extrusions- und Kalandrierverfahren verarbeitet. Die gefertigten geschäumten Formkörper besitzen eine Zellgröße von 0,2 mm Durchmesser.

Beispiel 4

Ein nach der folgenden Rezeptur gefertigtes Treibmittelkonzentrat wird analog Beispiel 1 hergestellt:

- |   |                    |
|---|--------------------|
| - p,p'-Diphenylsulfohydrazid                    | 25 Gewichtsteile   |
| - chloriertes Polyäthylen                       | 74,7 Gewichtsteile |
| mit einem Chlorwert von 8 Gew.-%                |                    |
| und einer Viskosität von 900 mm <sup>2</sup> /s |                    |
| - 2,2-Bis-(p-hydroxylphenyl)-propan             | 0,3 Gewichtsteile  |

2,0 Gewichtsteile des ungeschäumten Treibmittelkonzentrats werden im Kaltmischer mit 100 Gewichtsteilen Polyäthylen hoher Dichte vermischt und im Spritzguß- und Extrusionsverfahren verarbeitet. Der Zelldurchmesser der geschäumten Formkörper beträgt 0,22 mm.

Beispiel 5

Ein Treibmittelkonzentrat, bestehend aus

- Azodicarbonamid 20 Gewichtsteile
- chloriertem Polyäthylen mit einem 78 Gewichtsteile  
Chlorwert von 5 Gew.-% und einer  
Viskosität von 950 mm<sup>2</sup>/s
- 2,2-Bis-(p-hydroxyphenyl)-propan 2,0 Gewichtsteile,

wird unter den Bedingungen entsprechend Beispiel 1 gefertigt und eine Menge von 3,6 Gewichtsteilen Polystyrol im Kaltmischer vermischt und im Spritzgußverfahren verarbeitet. Die hergestellten geschäumten Formkörper besitzen einen feinen, gleichmäßigen Schaum und einen Zelldurchmesser von 0,29 mm.

Beispiel 6 (Vergleichsbeispiel)

100 Gewichtsteile Polystyrol werden ohne Verwendung des Treibmittelkonzentrats gemäß der Erfindung mit der gleichen Menge Azodicarbonamid, wie in Beispiel 5 angegeben, vermischt und im Spritzgußverfahren verarbeitet. Die hergestellten geschäumten Formkörper weisen eine unregelmäßige Schaumstruktur auf. Der Zelldurchmesser schwankt von 0,3 bis 0,7 mm.

Erfindungsanspruch

1. Treibmittelkonzentrat für thermoplastische Kunststoffe, bestehend aus einem bei Normaltemperatur festen chemischen Treibmittel und einem Polyolefin als Trägersubstanz, gekennzeichnet dadurch, daß die Trägersubstanz aus einem durch Chlorierung von Äthylenpolymerisaten hergestellten chlorierten Polyäthylen mit einem Chlorwert von 1 bis 20 Gew.-% besteht.
2. Treibmittelkonzentrat nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß die Viskosität der Äthylenpolymerisate, gemessen im Ubbelohde-Viskosimeter bei 140 °C, im Bereich von 1 bis 1000 mm<sup>2</sup>/s liegt.
3. Treibmittelkonzentrat nach den Punkten 1 und 2, gekennzeichnet dadurch, daß die Chlorierung der Äthylenpolymerisate in Lösung erfolgt.
4. Treibmittelkonzentrat nach den Punkten 1 bis 3, gekennzeichnet dadurch, daß die Äthylenpolymerisate nach dem Niederdruck- oder Hochdruckpolymerisationsverfahren hergestellt werden.
5. Treibmittelkonzentrat nach den Punkten 1 bis 4, gekennzeichnet dadurch, daß der Treibmittelanteil 5 bis 50 Gewichtsteile beträgt.

6. Treibmittelkonzentrat nach den Punkten 1 bis 5, gekennzeichnet dadurch, daß es geringe Mengen an Stabilisatoren, Aktivatoren, Inhibitoren, Farbmitteln und anderen Hilfsstoffen enthält.

GERMAN DEMOCRATIC REPUBLIC  
OFFICE OF INVENTIONS AND PATENTS

**PATENT SPECIFICATION 151 460**

Economic Patent

Issued in accordance with § 5 Par. 1 of the Amendment Law for the Patent Law

Published in the version filed by the applicant

(11)	151 460	(44)	10/21/81	Int. Cl. <sup>3</sup>
(21)	WP C 08 J / 221 817	(22)	6/13/80	3 (51) C 08 J 9/14

---

(71)	VEB Chemiekombinat Bitterfeld, DD
(72)	Wetzel, Klaus, Dipl.-Ing.; Lange, Eckehard, Dipl.-Chem.; Anz, Johannes, Dipl.-Ing.; Iwanow, Regine, Dipl.-Chem.; Kiese, Marlies, Dipl.-Ing., DD
(73)	see (72)
(74)	VEB Chemiekombinat Bitterfeld, Patent Department, 4400 Bitterfeld, Zörbiger Straße

---

---

(54) Foaming agent concentrate for thermoplastic plastics

---

(57) The invention relates to a foaming agent concentrate for thermoplastic plastics, which is used for the production of foamed articles. The goal is to improve the quality of the foamed material articles, to reduce the technical-economic production expenditures, and to achieve savings in polymer additives. The task is to provide a foaming agent concentrate that allows for continuous production without prior foaming in an extrusion process, and in which the foaming agent is uniformly distributed in the carrier substance. As a solution, it is proposed that the carrier substance of the foaming agent concentrate consist of a chlorinated polyethylene produced by means of chlorination of ethylene polymers, and that it have a chlorine value of 1 to 20 parts by weight. The viscosity of the ethylene polymers, measured in an Ubbelohde viscosimeter at 140°C, lies within the range of 1 to 1000 mm<sup>2</sup>/s. The chlorination of the ethylene polymers occurs in solution. The foaming agent fraction comprises 5 to 50 parts by weight. The foaming agent concentrate is very easily mixed in and is uniformly distributed, as a result of which a fine, uniform cell structure is achieved.

12 pages

VEB CHEMIEKOMBINAT BITTERFELD

Bitterfeld, 5/14/1980

2073

Foaming agent concentrate for thermoplastic plastics

Field of application

The invention relates to a foaming agent concentrate for thermoplastic plastics, which is used for the production of foamed articles. The foamed plastic articles can be produced by means of the injection molding, extrusion and calendering process.

Characteristic of known technical solutions

Many foaming agent systems, which are divided into physical and chemical foaming agents, are known for the production of foamed plastic articles. Chemical foaming agents decompose in a specific temperature range and, in doing so, release gaseous components. The foaming agent is either mixed with the powdered thermoplastic or tumbled onto granulate using a bonding agent. To achieve a uniform foam structure, the foaming agent must be homogeneously dispersed in the plastic to be foamed.

2073

In practice, however, significant difficulties arise during mixing of the foaming agents, so that the articles to be prepared frequently exhibit an uneven cell structure. This leads to deterioration in characteristic values, resulting in varying bulk densities. Only a few foaming agents exist that can be satisfactorily mixed with the polymer. To avoid these disadvantages and to significantly improve the capacity of the foaming agents to be worked in, so-called foaming agent concentrates were developed.

Foaming agent concentrates and the methods for their production are described in DE-OS 1 504 216 and DE-OS 1 544 831. The carrier substance for this foaming agent concentrate consists of an amorphous polypropylene that is solid at normal temperature (DE-OS 1 504 216) or a mixed polymer of propylene and another 1-olefin (DE-OS 1 544 831). In addition, a foaming agent is known in which high-pressure polyethylene is used as the carrier substance. The disadvantage of these foaming agent concentrates consists in their poor compatibility with chlorinated vinyl polymers; for this reason, they have only come into practical use with polyolefins.

Another disadvantage of these foaming agent concentrates is their time-consuming, discontinuous production. The foaming agent is dispersed in a stirring vessel into an amorphous polypropylene melted as a result of heat application and/or a propylene mixed polymer. Following completion of the stirring process, the melt is decanted, cooled and ground. The foaming agent concentrate produced in this manner is mixed into the polymer to be foamed.

Amorphous polypropylene is very soft at normal temperature, possesses strong surface adhesion, and cannot be homogeneously mixed. For this reason, it is necessary to add an additional polymer substance as a hardening agent.

Polymer materials other than polyethylene, polypropylene and/or their mixed polymers are not known for use as carrier substances for foaming agent concentrates.

Accordingly, foaming agent concentrates can only be produced by means of this uneconomical, labor-intensive process.

#### Goal of the invention

The goal of the invention is to improve the quality of the foamed material articles based on both polyolefins and chlorinated vinyl polymers, especially to achieve uniform density and improved characteristic values, to reduce the technical-economic production expenditure for the foaming agent concentrates, and to achieve savings in polymer materials that are used as hardening agents.

#### Description of the essence of the invention

The task of the invention is to provide a foaming agent concentrate that allows for continuous production without prior foaming in an extrusion process, and in which the foaming agent is uniformly distributed in the carrier substance. According to the invention, the task is solved in that the carrier substance consists of a chlorinated polyethylene produced by means of chlorination of ethylene polymers, and has a chlorine value of 1 to 20 percent by weight.

Surprisingly, it was found that as a result of the use of this chlorinated polyethylene as the carrier substance, a simple, economically very favorable production of the foaming agent concentrate in an extrusion process is possible.



2073

The chlorinated polyethylene has many advantages over the previously known carrier substances.

It is very well-suited as a carrier substance, because it allows the foaming agent to be uniformly mixed in, so that a homogeneous foaming agent concentrate can be produced. The extraordinarily favorable flow properties of the chlorinated polyethylene allow for the production of foaming agent concentrates using foaming agents having a low decomposition range, without resulting in premature, unwanted foaming. The foaming agent concentrate according to the invention can be produced as follows:

The chlorinated polyethylene present in powdered form is homogeneously mixed with a foaming agent in a rapid mixer at temperatures of up to 50°C. The mixture is placed in an extruder and plasticized at temperatures below the decomposition range of the foaming agent. Both single and double screw-type extruders can be used as the preparation extruder. The strands emerging from the extruder are cooled and subsequently granulated. The viscosity of the ethylene polymer, measured in an Ubbelohde viscosimeter at 140°C, lies within the range of 1 to 1000 mm<sup>2</sup>/s. The chlorination of the ethylene polymers occurs in solution.

Because of the possible variations with regard to the chlorine value and the viscosity of the ethylene polymers, substantial variability of the carrier substance is achieved. The ethylene polymers used can be produced according to the low pressure or high pressure polymerization process.

2073

The selection of the foaming agent depends on the melting point and/or melting range of the polymers to be foamed. The fraction of foaming agent mixed into the carrier substance comprises 5 to 50 parts by weight. Solid chemical foaming agent is used as the foaming agent at normal temperatures. Azidocarbonamide, N, N'-dinitrosopentamethylenetetramine, diazoaminobenzol and p, p'-oxybisbenzolsulfonylsemicarbazide are especially suitable. These foaming agents can be used individually or as a mixture of two or more foaming agents.

The foaming agent concentrate can also contain small quantities of stabilizers, activators, inhibitors, dyes and other process materials. The foaming agent concentrate occurs in solid, pourable and granulated form, and is mixed with the polymers to be foamed. This can be done, for example, in rapid mixers, on incorporating mills or in kneaders. The foamed plastic articles can be produced by means of processes known in the art, such as extrusion or injection molding.

The foaming agent concentrate according to the invention is suitable for the foaming of a large number of thermoplastic materials, such as chlorinated vinyl polymers, polystyrene, and homo- and copolymers of olefins. The articles produced with the new foaming agent concentrate exhibit outstanding surface quality and have a fine, uniform cell structure, with a cell diameter of 0.02 to 0.03 mm.

Exemplary embodiment

In the following, the invention will be explained in greater detail on the basis of a few examples.

Example 1

A foaming agent concentrate is produced from the following components:

- |   |      |                 |
|---|------|-----------------|
| - Azidocarbonamide  | 30   | parts by weight |
| - Chlorinated polyethylene<br>(with a Cl value of 5% in weight and<br>a viscosity of 850 mm <sup>2</sup> /s | 68.4 | parts by weight |
| - 2, 2-bis-(p-hydroxyphenyl)-propane<br>as heat stabilizer  | 1.6  | parts by weight |

These components are placed into a fast-running mixer and homogeneously mixed within 7 minutes at a temperature of up to 50°C.

The dry, pourable mixture is poured through a funnel tube into a single screw-type extruder with the following characteristics:

Screw diameter D: 45 mm  
Active screw length: 25 x D

The screw rotation speed is 40 RPM, and the extrusion temperatures are set as follows:

Cylinder temperatures (°C): 80-90-110-105  
Temperature at the perforated plate (°C): 111

The mixture is plasticized and homogenized in the extruder and then extruded through a perforated plate into strands with a diameter of 3 mm, which, as a result of hot separation, are shaped into a cylindrical granulate, which is then cooled intensively.

2073

This foaming agent concentrate is present in its completely non-foamed state.

A quantity of 1.6 parts by weight of foaming agent concentrate is mixed with 100 parts by weight of a crystalline polypropylene in a cold mixer, and then processed in an injection molding and extrusion process. The foamed, molded objects produced possess a fine, uniform foam and perfect surface structure. The cells have an average diameter of 0.026 mm.

### Example 2

A foaming agent concentrate with the following composition is produced under the conditions stated in Example 1:

- |   |      |                 |
|---|------|-----------------|
| - Azidocarbonamide  | 20   | parts by weight |
| - Chlorinated polyethylene with a chlorine value of 18% in weight and a viscosity of 600 mm <sup>2</sup> /s | 78.1 | parts by weight |
| - 2, 2-bis-(p-hydroxyphenyl)-propane  | 1.9  | parts by weight |

This foaming agent is present in its completely non-foamed state.

2.0 parts by weight of the foaming agent concentrate are mixed in a cold mixer with 100 parts by weight of a lead-stabilized PVC hard-dry blend, and then processed in an injection molding, extrusion and calendering process. The foamed, molded objects produced possess a fine, uniform foam and smooth surfaces. Their average cell diameter is 0.03 mm.

### Example 3

In analogy to Example 1, a foaming agent concentrate is produced with

- |   |                    |
|---|--------------------|
| - Azidocarbonamide  | 25 parts by weight |
| - Chlorinated polyethylene with a chlorine value of 15% in weight and a viscosity of 350 mm <sup>2</sup> /s | 64 parts by weight |
| - Zinc oxide  | 10 parts by weight |
| - 2,2-bis-(p-hydroxyphenyl)-propane   | 1 parts by weight  |

This foaming agent is present in its completely non-foamed state.

1.8 parts by weight of the foaming agent concentrate are mixed in a cold mixer with a PVC soft granulate consisting of 60 parts by weight of PVC and 40 parts by weight of softener, and then processed in an injection molding, extrusion and calendering process. The foamed, molded objects produced possess a cell diameter of 0.2 mm.

### Example 4

A foaming agent concentrate produced in accordance with the following recipe is produced in analogy to Example 1:

- |  |                      |
|--|----------------------|
| - p, p'-diphenylsulfohyrazide  | 25 parts by weight   |
| - Chlorinated polyethylene with a chlorine value of 8% in weight and a viscosity of 900 mm <sup>2</sup> /s | 74.7 parts by weight |
| - 2, 2-bis-(p-hydroxyphenyl)-propane   | 0.3 parts by weight  |

2.0 parts by weight of the foaming agent concentrate are mixed in a cold mixer with 100 parts by weight of high-density polyethylene and then processed in an injection molding, extrusion and calendering process. The cell diameter of the foamed, molded objects is 0.22 mm.

Example 5

A foaming agent concentrate consisting of

- |  |                     |
|--|---------------------|
| - Azidocarbonamide   | 20 parts by weight  |
| - Chlorinated polyethylene with a chlorine value of 5% in weight and a viscosity of 950 mm <sup>2</sup> /s | 78 parts by weight  |
| - 2, 2-bis-(p-hydroxyphenyl)-propane   | 2.0 parts by weight |

is produced under conditions corresponding to Example 1, and a quantity of 3.6 parts by weight of polystyrene is mixed in the cold mixer and then processed in an injection molding process. The foamed, molded objects produced possess a fine, uniform foam and a cell diameter of 0.29 mm.

Example 6 (reference example)

Without using the foaming agent concentrate according to the invention, 100 parts by weight of polystyrene are mixed with the same amount of azidocarbonamide as indicated in Example 5, and then processed in an injection molding process. The foamed, molded objects produced possess an irregular foam structure. Their cell diameter fluctuates between 0.3 and 0.7 mm.

Claims of the invention

1. Foaming agent concentrate for thermoplastic plastics, consisting of a chemical foaming agent that is solid at normal temperature, and a polyolefin as carrier substance, characterized in that the carrier substance consists of a chlorinated polyethylene produced by means of chlorination of ethylene polymers, and having a chlorine value of 1 to 20% in weight.
2. Foaming agent concentrate according to Claim 1, characterized in that the viscosity of the ethylene polymers, measured in an Ubbelohde viscosimeter at 140°C, lies within the range of 1 to 1000 mm<sup>2</sup>/s.
3. Foaming agent concentrate according to Claims 1 and 2, characterized in that the chlorination of the ethylene polymers occurs in solution.
4. Foaming agent concentrate according to Claims 1 to 3, characterized in that the ethylene polymers used are produced according to the low pressure or high pressure polymerization process.
5. Foaming agent concentrate according to Claims 1 to 4, characterized in that the foaming agent fraction comprises 5 to 50 parts by weight.

2073

6. Foaming agent concentrate according to Claims 1 to 5, characterized in that it contains small quantities of stabilizers, activators, inhibitors, dyes and other process materials.